

**ВЛИЯНИЕ НАПРЯЖЕНИЯ И ДЛИТЕЛЬНОСТИ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ НА
ФИЗИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СТРОНЦИЙ- И КРЕМНИЙ-СОДЕРЖАЩИХ БИОПОКРЫТИЙ**Я.О. Иващенко¹, Е.Г. Комарова², Е.А. Казанцева¹Научный руководитель: к.т.н. Е.Г. Комарова²¹Национальный исследовательский Томский государственный университет, г. Томск, пр. Ленина 36, 634050²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, пр. Академический 2/4, 634055

E-mail: yano4ka_97@bk.ru

**INFLUENCE OF MICRO ARC OXIDATION VOLTAGE AND DURATION ON PHYSICAL
CHARACTERISTICS OF STRONTIUM- AND SILICON-CONTAINING BIOCOATINGS**Y.O. Ivachshenko¹, E.G. Komarova², E.A. Kazanceva¹Scientific Supervisor: PhD E.G. Komarova²¹Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050²Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, 2/4 Academicheskii pr., 634055

E-mail: yano4ka_97@bk.ru

Abstract. The investigations of physical characteristics of Sr- and Si-containing calcium phosphate coatings formed by micro arc oxidation method under different pulsed voltage 200–370 V for various time were performed. The coating thickness grow by exponential law with increasing of the process duration, but the coating roughness and apparent density do not vary, in this case. The increase in the process voltage leads to the linear increase in the coating thickness and roughness from 55 to 150 μm and from 3.2 to 8.8 μm , respectively.

Введение. В настоящее время в науке и медицине возрастает интерес к увеличению качества и продолжительности жизни человека. Данная проблема может быть решена путем создания новых имплантационных биоматериалов для замены поврежденных или отсутствующих органов человека. На сегодняшний день самыми распространенными материалами для изготовления имплантатов являются титан и его сплавы благодаря их уникальной совокупности показателей по биохимической и биомеханической совместимости с костной тканью. Эти свойства могут быть улучшены путем создания на их поверхности биоактивных покрытий на основе фосфатов кальция. Перспективным методом является метод микродугового оксидирования (МДО), который позволяет получать покрытия с широким спектром физико-химических свойств, различной степенью кристалличности, толщины, шероховатости и пористости [1]. Варьируя электрофизические параметры МДО и изменяя состав электролита, можно управлять свойствами, структурой и составом формируемых покрытий. Введение в состав электролита гидроксиапатита (ГА), замещенного ионами стронция и кремния обеспечит формирование стронций-кремний-содержащих кальцийфосфатных (Sr-Si-КФ) биопокровов с высокими остеоиндуктивными свойствами. Известно [2, 3], что ионы Sr и Si способствуют остеогенезу, ускоряют процессы биоминерализации и улучшают метаболическую активность остеобластов.

Целью работы было изучение влияния напряжения и длительности процесса МДО на физические характеристики Sr-Si-КФ покрытий.

Материалы и методы. Нанесение Sr-Si-КФ покрытий проводили методом МДО на установке MicroArc-3.0 на образцы из технически чистого титана марки ВТ1-0 размером $10 \times 10 \times 1 \text{ мм}^3$ [2].

В качестве компонентов электролита использовали H_3PO_4 (30% раствор), CaCO_3 (100 г/л) и Sr-Si-замещенный ГА с концентрацией Sr и Si, равной 0,5 моль ($\text{Ca}_{9,5}\text{Sr}_{0,5}(\text{PO}_4)_{5,5}(\text{SiO}_4)_{0,5}(\text{OH})_2$). Нанесение биопокрытий проводили в импульсном анодном режиме при длительности и частоте импульсов, соответственно, 100 мкс и 50 Гц. В работе варьировали импульсное напряжение от 200 до 370 В с шагом 20 В при длительности процесса 10 мин, а также – длительность процесса МДО в интервале 1–10 мин при постоянном напряжении 200 В, на основании ранее выполненных исследований [1,3]. В процессе МДО были сняты осциллограммы и определена плотность импульсного тока, проходящего через поперечное сечение образца, с учетом коэффициента заполнения импульсов по формуле: $j = I/S \times D$, где I – амплитудный ток; S – площадь образца; τ – длительность импульсов; D – коэффициент заполнения. Шероховатость покрытий измеряли на Профилометре-296 по параметру Ra , который определялся как среднее значение шероховатости в пределах нескольких длин участков измерений (ГОСТ 2789-73). Кажущуюся плотность покрытий рассчитывали, как отношение массы покрытия к его объему.

Результаты и обсуждение. На рис. 1 представлены зависимости плотности тока процесса МДО от времени нанесения покрытий при различных величинах импульсного напряжения. Наличие «скачков» на графиках указывает на импульсную природу микроплазменных разрядов, под действием которых происходит транспорт вещества электролита в микродуге и осаждение его в покрытие. С течением времени процесса МДО плотность тока снижается, что обусловлено образованием на поверхности образца покрытия с низкой электропроводностью – диэлектрического КФ слоя. С повышением напряжения происходит увеличение плотности тока, связанное с увеличением интенсивности микродуговых разрядов, приводящих к ускоренному осаждению покрытий. Процесс формирования покрытий можно условно разделить на две стадии. В первой стадии ($t = 0\text{--}300$ с) наблюдается интенсивное снижение плотности тока, что может соответствовать высокой скорости роста покрытий под воздействием большого количества короткоживущих микродуговых разрядов, возникающих в результате локализованного электрического пробоя растущего покрытия. Во второй стадии ($t = 300\text{--}600$ с) плотность тока принимает минимальные значения и выходит на плато. Мы полагаем, что в этом случае сформированное диэлектрическое покрытие имеет достаточно большую толщину, чтобы препятствовать электрическим пробоям, и рост покрытия замедляется. Измерения толщины покрытий в разный период времени процесса МДО подтвердили данные предположения, поскольку в первой стадии процесса МДО происходил основной рост покрытий (рис. 2а), когда их толщина увеличивалась до 40 мкм. При этом с увеличением длительности процесса МДО до 10 мин толщина покрытий выросла до 50 мкм по экспоненциальному закону: $y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 x)$.

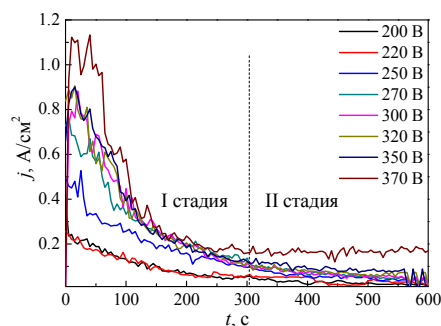


Рис. 1. Зависимости плотности тока от длительности процесса МДО при различных величинах импульсного напряжения

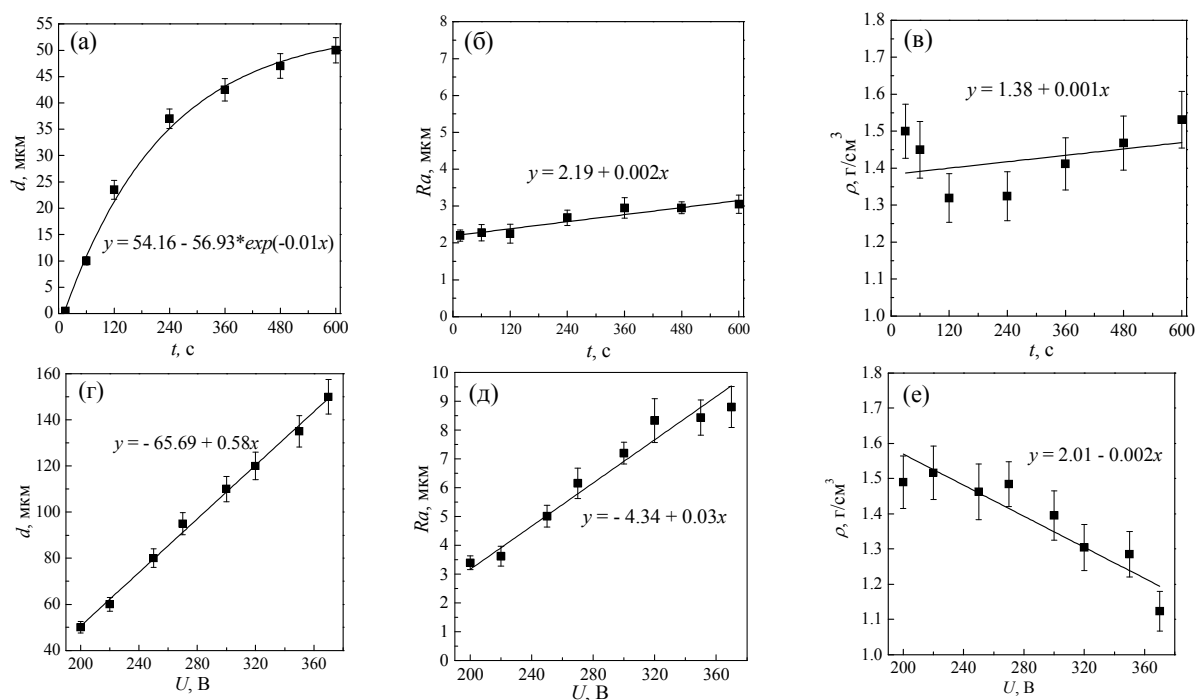


Рис. 2. Зависимости толщины (а, г), шероховатости (б, д) и кажущейся плотности (в, е) Sr-Si-KФ покрытий от длительности процесса МДО (а–в) и величины импульсного напряжения (г–е)

Следует отметить, что при постоянном напряжении 200 В длительность процесса МДО практически не влияет на кажущуюся плотность и шероховатость покрытий, которые составили соответственно $1,4 \pm 0,1$ г/см³ и $2,5 \pm 0,05$ мкм (рис. 2б,в). В то время как повышение импульсного напряжения от 200 до 370 В приводит к линейному увеличению толщины от 55 до 150 мкм и шероховатости по Ra от 3,2 до 8,5 мкм (рис. 2г,д), что обусловлено увеличением интенсивности микродуговых разрядов (рис. 1). Однако, кажущаяся плотность линейно уменьшается от 1,5 до 1,1 г/см³ (рис. 2е), что может быть связано со структурными изменениями в покрытиях. Дальнейшие электронно-микроскопические и рентгеноструктурные исследования позволят более детально объяснить закономерности формирования микроструктуры, морфологии, фазового состава и свойств Sr-Si-KФ покрытий в зависимости от электрофизических параметров процесса МДО.

Работа выполнена при финансовой поддержке Программы фундаментальных научных исследований СО РАН, проект III 23.2.5.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Комарова Е.Г. Закономерности формирования структуры и свойств микродуговых покрытий на основе замещенных гидроксиапатитов на сплавах титана и ниобия: дис. ... канд. тех. наук/ Е.Г. Комарова. – Томск, 2017. – 190 с.
2. Медков М.А., Грищенко Д.Н., Руднев В.С., Шулепин И.В., Череповский А.С., Пономаренко А.И., Дюйзен И.В. Особенности остеорепарации при использовании биоматериалов на основе гидроксиапатита и стронций-замещенного гидроксиапатита // Тихоокеанский медицинский журнал. – 2015. – № 4. – С. 48–52.
3. Комарова Е.Г., Чайкина М.В., Седельникова М.Б., Шаркеев Ю.П., Казанцева Е.А. Изучение физико-химических свойств лантан- и кремний-содержащих кальцийфосфатных покрытий // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2016. – Т. 59. – № 7/2. – С. 113-117.